

Process for manufacturing grain non oriented magnetic steel sheet and sheet obtained thereby.

Patent Number: EP0469980
Publication date: 1992-02-05
Inventor(s): BERTONI ANDRE (FR); LAVERNY JEAN-LUC (FR); VERDUN JEAN (FR)
Applicant(s):: UGINE ACIERS (FR)
Requested Patent: ☐ EP0469980, B1
Application Number: EP19910402117 19910729
Priority Number(s): FR19900009694 19900730
IPC Classification: C21D8/12
EC Classification: C21D8/12D2
Equivalents: DE69120738D, DE69120738T, ES2091889T, ☐ FR2665181, GR3020930T

Abstract

This process, comprising successively after production under vacuum of a steel with a low silicon content: - a hot rolling operation followed by reeling; - a shot-blasting and pickling operation: - a cold rolling operation in one or more stages followed by annealing, to obtain a sheet of the final thickness, the final annealing being carried out under a decarbonising controlled atmosphere, is characterised in that the steel sheet has the following composition by weight: - carbon < 0.008% - silicon < 0.4% - manganese (0.05-0.4)% - sulphur < 0.01% - phosphorus < 0.19% - nitrogen < 0.01% - oxygen < 0.01%, the reeling following the hot rolling is carried out at a temperature above 600 DEG C and is itself followed by a heat treatment at a temperature above 700 DEG C.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

THIS PAGE BLANK (USPTO)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication : **0 469 980 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt : **91402117.5**

(51) Int. Cl.⁵ : **C21D 8/12**

(22) Date de dépôt : **29.07.91**

(30) Priorité : **30.07.90 FR 9009694**

(43) Date de publication de la demande :
05.02.92 Bulletin 92/06

(84) Etats contractants désignés :
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

(71) Demandeur : **UGINE ACIERS DE CHATILLON
ET GUEUGNON**
4, place de la Pyramide, La Défense 9
F-92800 Puteaux (FR)

(72) Inventeur : **Bertoni, André**
22 quartier Salonique
F-48200 St-Chely d'Apcher (FR)
Inventeur : **Laverny, Jean-Luc**
18 quartier Salonique
F-48200 St-Chely d'Apcher (FR)
Inventeur : **Verdun, Jean**
75 boulevard de Lattre de Tassigny
F-92150 Suresnes (FR)

(74) Mandataire : **Moncheny, Michel et al**
c/o Cabinet Lavoix 2 Place d'Estienne d'Orves
F-75441 Paris Cedex 09 (FR)

(54) Procédé de fabrication de tôle d'acier magnétique à grains non orientés et tôle obtenue par ce procédé.

(57) Ce procédé comportant successivement après élaboration sous vide d'un acier à faible teneur en silicium :

- une opération de laminage à chaud suivie d'un bobinage ;
- une opération de grenailage et de décapage ;
- une opération de laminage à froid en une ou plusieurs étapes suivie(s) d'un recuit, pour obtenir une tôle à l'épaisseur finale, le recuit final étant réalisé sous atmosphère contrôlée décarburante, est caractérisé en ce que la tôle d'acier a la composition pondérale suivante :

- Carbone < 0,008%
- Silicium < 0,4%
- Manganèse (0,05-0,4)%
- Soufre < 0,01%
- Phosphore < 0,19%
- Azote < 0,01%
- Oxygène < 0,01%,

le bobinage suivant le laminage à chaud est effectué à une température supérieure à 600°C et lui-même suivi d'un traitement thermique à une température supérieure à 700°C.

EP 0 469 980 A1

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une tôle d'acier magnétique à grains non orientés dit de "fully process" et la tôle obtenue par ce procédé.

On connaît un procédé comportant successivement, après élaboration sous vide d'un acier au silicium :

- une opération de laminage à chaud suivie d'un bobinage;
- une opération de grenaillage et de décapage acide;
- une opération de laminage à froid en une ou plusieurs étapes suivie(s) d'un recuit pour obtenir une tôle à l'épaisseur finale, le recuit final étant réalisé sous atmosphère contrôlée décarburante.

Un tel procédé est connu et utilisé couramment dans le domaine de la réalisation de tôles magnétiques à grains non orientés.

Les tôles magnétiques dites à grains non orientés, c'est-à-dire ayant des propriétés magnétiques isotropes sont plus particulièrement destinées à la construction de dispositifs électromagnétiques dans lesquels le flux magnétique généré par les enroulements électriques n'est pas constant, comme par exemple dans les machines tournantes. Certains transformateurs utilisés dans le domaine de l'électroménager utilisent ce type de qualité pour des raisons économiques.

Ces dispositifs électromagnétiques sont constitués de tôles découpées et assemblées. Ces dernières ont un degré d'efficacité qui s'évalue en fonction de deux paramètres qui sont le niveau d'induction d'une part, et les pertes totales spécifiques, d'autre part.

L'induction est limitée par l'aimantation à saturation des tôles et cette aimantation est d'autant plus élevée que le matériau est riche en fer. Cependant, il est nécessaire d'augmenter la résistivité de l'acier par addition de silicium et/ou d'aluminium afin de diminuer les pertes par courant de Foucault. L'élaboration sous vide permet d'améliorer la propreté et la pureté de l'acier et de réduire ainsi les pertes par hystérésis.

Aussi, il est nécessaire de trouver un compromis entre les tôles à forte aimantation à saturation et à faibles pertes.

Les tôles à grains non orientés élaborées avec un acier dont la teneur en silicium est d'environ 3% ont actuellement les meilleures caractéristiques magnétiques de perte et une aimantation à saturation moins élevée que les tôles magnétiques dont l'acier ne contient pas ou peu de silicium.

Dans certains domaines d'applications industrielles, où le choix technique d'un dispositif est un compromis entre ses performances techniques et son coût, on utilise des tôles magnétiques à grains non orientés élaborées avec un acier ne contenant, dans sa composition, qu'une très faible teneur en silicium, c'est-à-dire une teneur inférieure à 0,5%.

Du fait que l'élaboration des tôles en acier sans silicium reste plus aisée, donc plus économique, les industriels préfèrent utiliser un tel acier et cherchent à améliorer les caractéristiques magnétiques des tôles obtenues.

Dans un autre domaine de fabrication de tôles magnétiques, dites à grains orientés, le procédé de fabrication comprend, après élaboration d'un acier contenant dans sa composition une teneur en silicium d'environ 3%, du soufre, du manganèse, de l'aluminium et de l'azote pour former des inhibiteurs tels que le sulfure de manganèse ou le nitrure d'aluminium :

- un laminage à chaud;
- une opération dite de recuit initial consistant à élever la température de la tôle laminée à chaud pendant quelques minutes sous atmosphère contrôlée;
- une opération de grenaillage et de décapage acide;
- une opération de laminage à froid suivie de recuits en atmosphère contrôlée.

Obtenues par ce procédé, les tôles dites à grains orientés ont une très forte proportion de grains ayant une orientation (110). [001]. Ces tôles possèdent d'excellentes propriétés magnétiques dans la direction du laminage. Elles sont anisotropes, c'est-à-dire que leurs propriétés dépendent de la direction de laminage. C'est ainsi que, par exemple, les pertes d'une tôle magnétique de composition courante, de 0,35 mm d'épaisseur, sont trois fois plus élevées dans la direction perpendiculaire au sens du laminage que dans la direction du laminage.

Les tôles à propriétés magnétiques anisotropes présentent donc l'inconvénient de ne pouvoir être employées que pour les applications dans lesquelles les lignes de champ magnétique correspondent à la direction du laminage. Il s'agit donc de les utiliser pour des machines statiques telles que les transformateurs.

Dans l'élaboration des tôles à grains orientés, l'opération initiale de recuit après le laminage à chaud a pour fonction d'influer sur l'état des précipités, par exemple de MnS et/ou de AlN par rapport à la microstructure des tôles de façon à favoriser le développement ultérieur de la croissance de grains orientés pour former une texture de GOSS.

L'invention a pour but d'améliorer les caractéristiques magnétiques de tôles à grains non orientés réalisées avec un acier ne contenant que très peu de silicium, c'est-à-dire de réduire les pertes magnétiques et d'augmenter l'aimantation sous un champ magnétique déterminé.

Elle a pour objet un procédé d'élaboration de tôles magnétiques à grains non orientés tel que défini précédemment, caractérisé notamment en ce que la tôle d'acier a la composition pondérale suivante :

- Carbone $\leq 0,008\%$
- Silicium $\leq 0,4\%$
- Manganèse (0,05 - 0,4) %
- Soufre $< 0,01\%$
- phosphore $< 0,19\%$
- Azote $< 0,01\%$
- Oxygène $< 0,01\%$.

le bobinage suivant le laminage à chaud est effectué à une température supérieure à 600°C et lui-même suivi d'un traitement thermique à une température supérieure à 700°C .

Ce procédé contribue à une amélioration des qualités magnétiques, c'est-à-dire une diminution des pertes totales spécifiques et aussi une augmentation de l'aimantation.

Selon d'autres caractéristiques :

- l'opération de grenailage et de décapage acide est réalisée après bobinage et traitement thermique.
- la température de bobinage est comprise dans l'intervalle $(600-750)^{\circ}\text{C}$ et de préférence entre $(600 \text{ et } 680)^{\circ}\text{C}$,
- le traitement thermique préalable au laminage à froid comprend :
- une mise sous atmosphère contrôlée,
- une élévation en température comprise dans l'intervalle $700-1100^{\circ}\text{C}$,
- un maintien en température pendant un temps compris dans l'intervalle de 1 à 10 minutes.

Par ailleurs et de préférence :

- la température du traitement thermique préalable est comprise dans l'intervalle $800-1050^{\circ}\text{C}$;
- le temps de maintien de la température du traitement thermique est compris dans l'intervalle de 1 à 4 minutes;
- l'atmosphère contrôlée est constituée essentiellement d'azote.

L'invention concerne également la tôle magnétique à grains non orientés obtenue selon le procédé et ayant les caractéristiques suivantes :

- pour une tôle ayant une épaisseur d'environ $0,5\text{mm}$, les pertes spécifiques à 1,5 Tesla et 50 Hertz sont inférieures à 6,3 W/Kg et l'aimantation est supérieure à 1,65; 1,74; 1,85 Tesla, respectivement sous des champs magnétiques de 2500, 5000, 10000 A/m.
- de préférence les pertes spécifiques à 1,5 Tesla et 50 Hertz sont inférieures à 5,1 W/kg et l'aimantation est supérieure à 1,68, 1,77; 1,89 Tesla, respectivement sous des champs magnétiques de 2500, 5000, 10000 A/m.
- pour une tôle ayant une épaisseur d'environ $0,65\text{ mm}$, les pertes spécifiques à 1,5 Tesla et 50 Hertz sont inférieures à 7,5 W/kg et l'aimantation est supérieure à 1,66, 1,75, 1,86 Tesla respectivement sous des champs de 2500, 5000, 10000 A/m.
- de préférence, les pertes spécifiques à 1,5 Tesla et 50 Hertz sont inférieures à 7,1 W/Kg et l'aimantation est supérieure à 1,67; 1,76; 1,88 Tesla, respectivement sous des champs magnétiques de 2500, 5000, 10000 A/m.

Les caractéristiques magnétiques et mécaniques obtenues dans les essais comparatifs qui suivent sont données à titre d'exemple non limitatif, et mettent bien en évidence l'invention.

Dans un premier exemple de réalisation de l'invention, l'acier utilisé pour la fabrication de tôles magnétiques en "fully process" a la composition pondérale suivante :

- Carbone $\leq 0,008\%$
- Silicium $\leq 0,4\%$
- Soufre $< 0,01\%$
- Aluminium $< 0,05\%$
- Phosphore $< 0,19\%$
- Manganèse $< (0,05-0,4)\%$
- Azote $< 0,010\%$
- Oxygène $< 0,010\%$

La présence de manganèse dans la composition de l'acier est nécessaire pour obtenir une bonne ductilité à chaud et à froid en présence de silicium.

L'acier est élaboré sous vide et coulé en continu sous forme de brames. La tôle est réalisée lors de l'opération de laminage à chaud après un laminage à des brames au train à bande.

Selon l'invention la bande d'acier laminée à chaud est soumise avant l'opération de laminage à froid à un bobinage à une température de 650°C et à un traitement thermique préalable au laminage à froid, consistant,

dans un essai donnant de bonnes caractéristiques, à :

- une mise à température de 800°C pendant 2 minutes sous atmosphère d'azote;
- un laminage à froid en une ou plusieurs étapes pour la mise à épaisseur de la tôle, la tôle ainsi laminée étant soumise à un recuit final en continu à 880°C sous atmosphère décarburante telle que NH_3 craqué.

Le tableau I regroupe les valeurs des caractéristiques magnétiques obtenues dans une série d'essais de variation des conditions du traitement thermique préalable au laminage à froid.

Les essais ont été réalisés en faisant varier la température du traitement de 700°C à 1100°C, les temps de maintien en température étant variables de 1 à 5 minutes.

Les autres paramètres utilisés dans le procédé sont :

- une atmosphère d'azote lors du traitement thermique préalable;
- un laminage à froid pour l'obtention d'une épaisseur finale de la tôle d'environ 0,5 mm;
- un recuit final à 880°C sous NH_3 craqué pendant 2 minutes avec un point de rosée à + 20°C.

Les caractéristiques magnétiques d'induction ont été mesurées sous trois champs magnétiques de 2500, 5000 et 10000 A/m, alors que les caractéristiques de pertes totales spécifiques sont données à 1 et 1,5 Tesla.

TABLEAU I

TRAITEMENT PREALABLE		EPAISSEUR APRES LAMINAGE A FROID	RECUIT FINAL	B (TESLA) pour H (A/m)			W/kg (50 Hz)	
T° de PALIER (°C)	Temps de maintien (mn)			2.500	5.000	10.000	1T	1,5T
700	1	0,5 mm	880°C	1,626	1,715	1,835	2,36	5,26
700	2		2 mn NH3	1,631	1,718	1,838		
700	5		craqué	1,633	1,717	1,837		
800	1	0,5 mm	880°C	1,696	1,787	1,903	2,15	4,59
800	2		2 mn NH3	1,699	1,788	1,904	2,12	4,57
800	5		craqué	1,708	1,793	1,909	2,11	4,54
1050	1	0,5 mn	880°C	1,695	1,782	1,899	2,12	4,57
1050	2		2 mn NH3	1,697	1,781	1,897		
1050	5		craqué	1,697	1,784	1,899		
1100	1	0,5 mn	880°C	1,700	1,787	1,898	2,31	4,96
1100	2		2 mn NH3	1,697	1,785	1,899		
1100	5		craqué	1,698	1,786	1,899		
SANS TRAITEMENT		0,5 mm	880°C 2 mn NH3 craqué	1,624	1,713	1,832	2,31	5,21

Les résultats des essais montrent par comparaison avec les caractéristiques d'un échantillon n'ayant pas subi de traitement que le traitement préalable permet d'augmenter, d'une part les inductions d'environ 5% et d'autre part de réduire les pertes d'environ 12%.

Ces essais mettent en évidence que les meilleures caractéristiques magnétiques des tôles sont obtenues par un traitement préalable compris entre 800 et 1050°C pour les tôles d'acier ayant la composition citée ci-dessus.

Dans un deuxième exemple de réalisation, avec un acier ayant la composition suivante :

C = 0,004
Si = 0,280
S = 0,009

Al = 0,020

P = 0,140

Mn = 0,300

N₂ = 0,007

5 O₂ = 0,005

traité dans les mêmes conditions que l'acier de l'exemple 1 ci-dessus, il a été réalisé des essais mesurant des caractéristiques d'inductions sous trois champs magnétiques de 2500, 5000 et 10000 A/m et les pertes totales spécifiques.

10 Le tableau II regroupe, pour deux épaisseurs de tôles magnétiques, les caractéristiques de pertes en W/Kg à 50 Hertz sous une induction de 1 et 1,5 Tesla, ainsi que l'induction obtenue sous les trois valeurs de champs magnétiques pris en référence.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

TABLEAU II

	EPAISSEUR 0,50 mm		EPAISSEUR 0,65 mm	
	Référence	Tôle magnétique Selon l'invention	Référence	Tôle magnétique Selon l'invention
PERTES MAGNETIQUES en W/Kg 50 Hz	3,03	1,95	3,29	2,47
	6,43	4,14	7,37	5,58
INDUCTION en T	1 T			
	1,5 T			
	2 500 A/m	1,65	1,65	1,70
	5 000 A/m	1,74	1,74	1,79
	10 000 A/m	1,86	1,86	1,91

Le procédé selon l'invention permet, de manière inattendue, d'obtenir d'une tôle magnétique d'une part de hautes caractéristiques magnétiques, et d'autre part des caractéristiques mécaniques comparables à celles obtenues par le procédé de l'art antérieur.

5

Revendications

1. Procédé de fabrication de tôle d'acier magnétique à grains non orientés dit de "fully process" comportant successivement après élaboration sous vide d'un acier au silicium :

- 10 – une opération de laminage à chaud suivie d'un bobinage;
 – une opération de grenaillage et de décapage acide;
 – une opération de laminage à froid comportant au moins une étape suivie d'un recuit, pour obtenir une tôle à l'épaisseur finale, le recuit final étant réalisé sous atmosphère contrôlée décarburante;
 caractérisé en ce que la tôle d'acier a la composition pondérale suivante :
- 15 – Carbone < 0,008%
 – Silicium < 0,4%
 – Manganèse (0,05-0,4)%
 – Soufre < 0,01%
 – Phosphore < 0,19%
 20 – Azote < 0,01%
 – Oxygène < 0,01%,

le bobinage suivant le laminage à chaud est effectué à une température supérieure à 600°C et lui-même suivi d'un traitement thermique à une température supérieure à 700°C.

25 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'opération de grenaillage et de décapage acide est réalisée après bobinage et traitement thermique.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de bobinage est comprise dans l'intervalle (600-750)°C et de préférence entre 600 et 680°C.

30

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le traitement thermique préalable au laminage à froid comprend :

- une mise sous atmosphère contrôlée;
 – une élévation en température comprise dans l'intervalle 700-1100°C;
 35 – un maintien en température pendant un temps compris dans l'intervalle de 1 à 10 minutes.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 4, caractérisé en ce que la température du traitement thermique préalable au laminage à froid est comprise entre 800 et 1050°C.

40 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le temps de maintien en température du traitement thermique préalable est de 1 à 5 minutes.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que l'atmosphère contrôlée est constituée essentiellement d'azote.

45

8. Tôle magnétique à grains non orientés, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7.

9. Tôle selon la revendication 8, caractérisée en ce que pour une tôle ayant une épaisseur d'environ 0,5 mm, les pertes spécifiques à 1,5 Tesla et 50 Hertz sont inférieures à 6,3 W/Kg et l'aimantation est supérieure à 1,65; 1,74; 1,85 Tesla respectivement sous des champs magnétiques de 2500, 5000, 10000 A/m.

50

10. Tôle selon la revendication 9, caractérisée en ce que les pertes spécifiques à 1,5 Tesla et 50 Hertz sont inférieures à 5,1 W/Kg et l'aimantation est supérieure à 1,68; 1,77; 1,89 Tesla, respectivement sous des champs magnétiques de 2500, 5000, 10000 A/m.

55

11. Tôle selon la revendication 8, caractérisée en ce que pour une tôle ayant une épaisseur d'environ 0,65 mm, les pertes spécifiques à 1,5 Tesla et 50 Hertz sont inférieures à 7,5 W/Kg et l'aimantation est supé-

rieure à 1,66; 1,75; 1,86 Tesla respectivement sous des champs de 2500, 5000, 10000 A/m.

12. Tôle selon la revendication 11, caractérisée en ce que les pertes spécifiques à 1,5 Tesla et 50 Hertz sont inférieures à 7,1 W/Kg et l'aimantation est supérieure à 1,67; 1,76; 1,88 Tesla, respectivement sous des champs magnétiques de 2500, 5000, 10000 A/m.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 2117

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
Y	US-A-4 851 056 (K. MIYOSHI et al.) * Revendications; exemples *	1,2,4-6 ,8	C 21 D 8/12
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 8, no. 46 (C-212)[1483], 29 février 1984; & JP-A-58 204 126 (KAWASAKI SEITETSU) 28-11-1983	1,2,4-6 ,8	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 12, no. 501 (C-556)[3348], 27 décembre 1988; & JP-A-63 210 237 (SUMITOMO METAL) 31-08-1988		
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 13, no. 442 (C-641)[3790], 4 octobre 1989; & JP-A-1 168 815 (KAWASAKI STEEL) 04-07-1989		
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 13, no. 174 (C-589)[3522], 25 avril 1989; & JP-A-1 4425 (SUMITOMO METAL) 09-01-1989		
A	FR-A-1 531 090 (HOOGOVS)		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) C 21 D
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 29-10-1991	Examineur MOLLET G.H.J.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPF FORM 1501 03/82 (P/402)